

PRV

PATENT- OCH REGISTRERINGSVERKET
Patentavdelningen

Intyg Certificate

Härmed intygas att bifogade kopior överensstämmer med de handlingar som ursprungligen ingivits till Patent- och registreringsverket i nedannämnda ansökan.

This is to certify that the annexed is a true copy of the documents as originally filed with the Patent- and Registration Office in connection with the following patent application.



(71) Sökande Doxa AB, Uppsala SE
Applicant (s)

(21) Patentansökningsnummer 0202696-1
Patent application number

(86) Ingivningsdatum 2002-09-10
Date of filing

REC'D 03 JUL 2003

WIPO PCT

Stockholm, 2003-06-13

För Patent- och registreringsverket
For the Patent- and Registration Office

Lina Oljeqvist
Lina Oljeqvist

Avgift
Fee

BEST AVAILABLE COPY

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

SYSTEM FÖR ETT KEMISKT BUNDET KERAMISKT MATERIAL, PULVER-MATERIAL SAMT HYDRATISERINGSVÄTSKA DÄRFÖR, DET KERAMISKA MATERIALET, METOD FÖR DESS FRAMSTÄLLNING SAMT ANORDNING

5 TEKNISKT OMRÅDE

Föreliggande uppfinning avser ett system för ett kemiskt bundet keramiskt material, företrädesvis ett tandfyllnadsmaterial eller implantatmaterial, innefattande en vattenbaserad hydratiseringsvätska samt ett pulvermaterial som huvudsakligen utgöres av ett oorganiskt cementsystem, vilket pulvermaterial uppvisar förmågan att efter genomdränkning med hydratiseringsvätskan bilda ett komplext kemiskt bundet material med såväl oorganiska som organiska faser. Uppfinningen avser också pulvermaterialet respektive hydratiseringsvätskan, det bildade keramiska materialet, en metod för materialets framtagande, samt en anordning för förvaring av pulvermaterialet och blandning av detsamma med hydratiseringsvätskan.

15

TEKNIKENS STÅNDPUNKT OCH PROBLEM

Föreliggande uppfinning relaterar till bindemedelssystem av typen hydratiserande cementsystem, särskilt cementbaserade system som innefattar kemiskt bundna keramer i gruppen som består av aluminater, silikater, fosfater, sulfater och kombinationer därav, med kalcium som huvudsaklig katjon. Uppfinningen har utvecklats speciellt för biomaterial för dentala och ortopediska tillämpningar, såväl fyllnadsmassor som implantat inklusive beläggningar, men kan användas som fyllnadsmassor i industriella tillämpningar inom elektronik, mikromekanik etc.

25 För material, såsom tandfyllnadsmaterial och implantat, som skall interagera med den mänskliga kroppen är det en fördel att materialen görs så bioaktiva eller biokompatibla som möjligt. Övriga egenskaper som erfordras för tandfyllnadsmaterial och implantat är god hanterbarhet med enkel applicerbarhet i kavitet, formning som medger god modellerbarhet, härdning/stelning som är tillräcklig snabb för fyllningsarbetet och med
30 funktionsduglighet direkt efter behandling, hög hårdhet och hållfasthet, korrosionsbeständighet, god anslutning mellan fyllningsmaterial och biologisk vägg, dimensionsstabilitet, röntgenopacitet, goda långtidsegenskaper samt god estetik vad avser speciellt tandfyllnadsmaterial. I syfte att erbjuda material som uppfyller åtminstone de flesta av dessa erfordrade egenskaper har det tagits fram material enligt det som presenteras i
35 t.ex. SE 463 493, SE 502 987, WO 00/21489, WO 01/76534 och WO 01/76535.

KORTFATTAD REDOGÖRELSE ÖVER UPPFINNINGEN

Föreliggande uppfinning berör specifikt problemkomplexet formbarhet, hög hållfasthet och viskoelasticitet, dimensionsstabilitet (undvikande av krympning eller överdriven expansion) samt speciellt gällande tandfyllnadsmaterial estetik, dvs problemet att i en
5 produkt kunna optimera en komplex egenskapsprofil.

Föreliggande uppfinning syftar således till att erbjuda biomaterial med komplex egenskapsprofil och att därvid erbjuda ett pulverbaserat system som uppvisar förmåga att efter genomdränkning med en med pulverbaserat
10 reagerande vätska hydratisera och kemiskt reagera till ett kemiskt bundet material, vilket material uppvisar såväl hög kompaktgrad, god formbarhet, minimal dimensionsförändring vid stelning samt goda mekaniska egenskaper såsom hög E-modul, viss viskoelasticitet och hög hållfasthet. Ännu ett syfte med uppfinningen är att erbjuda ett dylikt material som dessutom uppvisar radio-opacitet och förbättrad translucens.

15

Dessa och andra syften uppnås medelst systemet, pulverbaserat, hydratiseringsvätskan, det keramiska materialet och anordningen enligt uppfinningen, såsom dessa definieras i patentkraven.

20 Till oorganiskt cementmaterial, företrädesvis med Ca-aluminat som huvudbeståndsdel, tillsätts ett material som förmår bilda en organisk fas genom in-situ aktivering (kemiskt, termiskt och/eller fotokemiskt). Den organiska fas bör uppfylla följande krav:

1. Icke-kommunicerande separata områden eller som nätverk – beroende på dimensionskrav vid härdning och andra optimerade egenskaper - i halter understigande
25 50 vol-% av materialet, företrädesvis 5-40 vol-% och än mer föredraget 10-35 vol-% och mest föredraget 15-25 vol-%.
2. God biokompatibilitet
3. Partiell hydrofilicitet
4. Plasticeringsmöjlighet

30

Dessa och andra syften uppnås medelst den uppfinningsenliga processtekniken, pulverbaserat och hydratiseringsvätskan och bygger på följande unika möjligheter

1. Oorganiskt cement, företrädesvis Ca-aluminatbaserat systemet som via sitt kommunikerande mikroporsystem ger möjlighet till intransport av vatten via
35 fukt, saliv, vatteninnehållande lösningar som reagerar med Ca- och hydroxyljoner eller tillsatta joner (t ex fosfat) och sluter porositet till låga nivåer.

2. Organisk fas som ger materialet ett mer plastiskt beteende med mindre risk för spänningskoncentrationer vid belastning genom förbättrade elasticitetssegenskaper.
3. Organisk tillsats som ger en förbättrad formbarhet i system.
- 5 4. Förbättrad estetik genom utbildning av stabilt material med få defekter.
5. Möjlighet till att styra aktivering av reaktioner genom att fysiskt separera aktiverande ämnen och föra dem samman då reaktionerna skall aktiveras.

10 Pulvermaterialet föreligger med fördel i form av granuler av pulverkorn. Underlättad formning i ett efterföljande steg, såsom knådning, extrudering, tablettslagning, ultraljud etc. kan göras med bibehållande av rörlighet i systemet med hög slutlig kompaktgrad.

15 I ett system där cementen hydratiserar tack vare en tillsatt vätska och inflöde av extern vätska, så kommer dessutom de nya kontaktytorna efter kompaktering/formning att utfyllas av härdade faser, vilket innebär att homogeniteten ökar efter hydratiseringen /härningen trots att viss krympning internt i materialet sker vid kemisk aktivering av de organiska komponenterna. Genom att slutkompaktgraden på så sätt kan höjas kommer en tätare slutprodukt att erhållas, vilket medför att hållfastheten ökar, att den erforderade mängden radioopaka medel kan sänkas och att translucens lättare kan erhållas, samtidigt
20 som formbarheten hos produkten initialt är mycket god. Den organiska delen har dessutom hög translucens i sig.

Enligt en annan aspekt av uppfinningen innefattar det cementbaserade systemet kemiskt bundna keramer i gruppen som består av aluminater, silikater, fosfater, sulfater och
25 kombinationer därav, företrädesvis med katjoner i gruppen som består av Ca, Sr och Ba. Cementet kan också innefatta ett eller flera expansionskompenserande additiv ägnade att ge det keramiska materialet dimensionsstabila långtidsegenskaper, såsom beskrivs i WO 00/21489.

30 Det är också tänkbart att sagda pulvermaterial innefattar en translucensbidragande glasfas som uppvisar förmåga att efter genomdränkning med en med bindefasen reagerande vätska hydratisera till ett kemiskt bundet keramiskt material.

35 Enligt en annan utföringsform kan sagda glasfas innefatta glasjonomerglas, d.v.s glas som är kända för användning i glasjonomercement. Alternativt eller i kombination kan pulvermaterialet innefatta bioaktiva eller bioresorberbara material.

Enligt ännu en utföringsform kan pulvermaterialet, företrädesvis endast i form av granuler inklusive eventuella tillsatsmaterial, eller möjligen granuler och icke förkompakterat pulvermaterial, blandas med en med bindefasen reagerande vätska, varefter den uppkomna slamman sprutas direkt in i en kavitet som skall fyllas. Vätskan innefattar
5 lämpligen vatten samt - förutom den uppfinningsenliga delkomponenten som tillsammans med delkomponent i pulvermaterialet förmår bilda organisk fas - accelerator, dispergeringsmedel och/eller vätskereducerande medel (eng. superplasticizer) i syfte att erhålla lämplig konsistens på slamman. Acceleratorn påskyndar hydratiseringsreaktionen och utgöres företrädesvis av ett salt av en alkalimetall. Mest föredraget utnyttjas
10 ett salt av litium, t.ex. litiumklorid, litiumfluorid eller litiumkarbonat. Det vätskereducerande medlet utgöres föredraget av en lignosulfonat och/eller citrat, EDTA och/eller hydroxykarboxylinnehållande föreningar, PEG eller ämnen med PEG-innehållande enheter. Accelerator, dispergeringsmedel och/eller vätskereducerande medel kan naturligtvis även utnyttjas i en utföringsform där slamman dräneras och kompakteras
15 samt i en utföringsform där materialet kompakteras till en råpresskropp, varvid denna råpresskropp bringas att absorbera vätskan då det keramiska materialet skall framställas.

Föreliggande uppfinning relaterar även till system för framställning av ett kemiskt bundet keramiskt material av ett pulvermaterial vars bindefas huvudsakligen utgöres av
20 ett kalciumbaserat cementsystem, vilket system uppvisar förmåga att bilda apatit in-situ. Med förmåga att bilda apatit in-situ menas här att systemet innefattar nödvändiga beståndsdelar för bildning av apatit, t.ex. hydroxyapatit eller fluorapatit ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$ respektive $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$) och eventuellt annan biologiskt gynnsam fas, och att systemet medger att dylika faser bildas under och/eller efter hydratiseringsreaktionen.

25 Tillsatsmaterial till bindefasen kan vidare uppvisa vilken morfologi eller form som helst, inkluderande: sfärer, regelbundna eller oregelbundna former, fibrer, whiskers, plattor eller liknande. Partiklar av tillsatsmaterialet bör vara mindre än 30 μm , företrädesvis mindre än 10 μm , ännu mer föredraget mindre än 5 μm .

30 För andra aspekter avseende metoden med uppslamning hänvisas till WO 01/76534, vars innehåll innefattas här genom referens. För andra aspekter avseende råpresskroppar hänvisas till WO 01/76535, vars innehåll innefattas här genom referens

35 Förutom tillämpningar som tandfyllnadsmaterial eller ortopediska massor kan användningsområden som substrat/avgjutningsmaterial för elektronik, mikromekanik,

optik och inom biosensorteknik ses. Miljöaspekterna ger dessutom materialet en stort användningsområde för ytterligare en tillämpning, nämligen som spackelmateriäl.

DETALJERAD BESKRIVNING AV PULVERMATERIALET.

- 5 1. Pulvermaterialets huvudbindefas utgöres av ett kalciuminnehållande basiskt kerampulver i gruppen som består av aluminater, silikater, fosfater, sulfater och kombinationer därav, företrädesvis aluminater.
Effekt: Genom utbildning av hydrat sker en utfyllnad av porositet och övriga mikroutrymmen mellan fyllnadsmateriäl och biologisk vägg eller annan kontaktzon.
- 10 2. Materiälet innehåller minst en första organisk delkomponent som förmär bildar organisk fas, företrädesvis en polymer, genom reaktion med i hydratiseringsvätskan inkluderad andra organisk delkomponent (Se närmare beskrivning under hydratiseringsvätskan).
Effekt: Organiskt polymerbildande materiäl bidrager till förbättrad formbarhet under
- 15 kompakteringsfasen och till att viss viskoelasticitet erhålls i slutprodukten.
3. Pulvermaterialet innehåller företrädesvis vattenlösliq fosfat, varigenom cementsystemet uppvisar förmåga att under hydratiseringen bilda apatit.
Effekt: ytterliqare förhöjd biokompatibilitet erhålls.
- 20 4. Pulvermaterialet kan innefatta tillsats av kollagen, elastin eller andra högmolekylära polymerer (protein, cellulosa, polyester, polyacetal etc) som tillåts bildas in-situ.
Effekt: finfördelning av organisk fas
5. Pulvermaterialet kan innefatta tillsats av kollagen, elastin eller andra högmolekylära polymerer som in-situ-beläggs eller förbeläggs med apatit ur mättad lösning.
Effekt: för att styra utfällningen av apatit,
- 25 6. Pulvermaterialet kan innefatta karbonat eller biologiskt förekommande joner som kan bilda: oxalater, laktater, kalcit, aragonit. Till exempel kan karbonatjoner bilda kalcit och kalcium kan bilda svårlösliga biologiska salter med mjölksyrans anjon, laktat etc.
Effekt: genom att styra koncentrationen och sammansättningen av jonerna kan olika biologiska faser som innehåller Ca utfällas. Gäller även vattenlösliga tillsatser i pulver-
- 30 råvaran.

Det är speciellt föredraget att cementsystemets huvudbindefas utgöres av kalcium-aluminat (Ca-aluminat), eftersom:

- 35 1. Ca-aluminater ger basisk närmiljö till apatit, vilket gör denna fas stabil (ej upplösning, hinder för plaque-bildning och mjölksyra-angrepp).

2. Ca-aluminat finns i överskott och utbildas i alla porer i materialet – bidrager till utfyllnad av materialet – om till exempel enbart Ca-fosfat skulle utnyttjas så omsätts för lite vatten för att vattenfylld porositet ska kunna fyllas med hydrat.

5 Ca-aluminat utfälls genom syra-bas reaktion, där vatten reagerar med pulvermaterialet, som börjar upplösas. I lösningen finns alla byggstenar som behövs för att bilda både kalciumaluminathydrat, gibbsit samt apatit (om fosfor tillförs i någon form) och eventuellt annan biologiskt gynnsam fas (kalcit, aragonit, laktat etc). När löslighetsprodukten för vart ämne nås börjar en utfällning. Utfällningen sker överallt, inkluderat i mikroutrymmen mellan fyllningsmaterialet och tandvägg. Småkristaller fälls ut i yt-topografin i tandväggen eller annan biologisk kontaktyta och bidrar till att kontaktzonen fyllningsmaterial-tand/ben helt försvinner innebärande mikrostrukturell integrering.

DETALJERAD BESKRIVNING AV HYDRATISERINGSVÄTSKAN

15 Hydratiseringsvätskan är vattenbaserad med tillsatser av organisk delkomponent för bildning av polymer samt företrädesvis tillsatsmedel för reaktionsstyrning vad avser generell hydratisering och bildning av polymer, joner för utbildning av apatit samt konsistensgivare.

20 Organisk komponent: Företrädesvis komponent som deltar i en ko-polymerisationsreaktion, företrädesvis en kondensationspolymerisation, där resulterande vattenbildning ger råvara för generell hydratiseringsreaktion. Ko-polymerisationsreaktionen kan således samexistera med en syra-bas-reaktion som är den drivande reaktionen i cementets hydratisering. Utnyttjande av en fotokemiskt initierad reaktion är också ett

25 alternativ, varvid monomer tillsätts till pulvern materialet medan initiatör tillsätts via hydratiseringsvätskan eller separat.

Möjliga organiska komponenter är: monomerer av typ hydrofila metakrylater, t ex HEMA, monomer med fosfatgrupper, alkenoider, monomer för karbopolymerer. De organiska tillsatserna har analog verkan med vad som är fallet med tandfyllnadsmaterial som går under den allmänna beteckningen compomerer.

35 Stegvis polymerisation kan utnyttjas och bygger vanligen på kondensationsreaktioner. Två olika reaktiva grupper reagerar med varandra och ofta avspaltas en mindre molekyl ex vatten eller annan molekyl. Det stökiometriska förhållandet mellan de båda monomererna styr molekylvikt och ändgruppssfunktionalitet.

Exempel på stegvis polymerisation: En diol och en disyra reagerar och bildar en dimer med två reaktiva ändar. Mellan dem har bildats en esterbindning och ett vatten har avspaltats. (Om vattnet kontinuerligt förs bort eller förbrukas (ex. cementreaktion enligt föreliggande uppfinning) drivs reaktionen på och högre molekylvikt hos polymeren uppnås.) Den reaktiva dimeren kan nu reagera med en ny monomer eller med en annan kedja av högre molekylvikt. Polykarbonater framställs ofta med stegvis polymerisation. Vid utnyttjande av dioler och disyror eller liknande tillsätts med fördel den ena delkomponenten till pulvernaterialet och den andra till hydratiseringsvätskan, företrädesvis diol till pulvernaterialet medan disyra tillsätts hydratiseringsvätskan.

En viktig aspekt hos uppfinningen är den möjlighet som ges att via pulvernaterialet ta hand om det vatten som bildas vid kondensationspolymeriseringen. Detta vatten utnyttjas vid hydratiseringsreaktionen. För speciellt ortopediska tillämpningar där inflöde av vatten via omgivning kan vara begränsad är detta centralt.

Material enligt föreliggande uppfinning skulle för fallet tandfyllnadsmaterial kunna beskrivas som compocer, där "cer" står som förkortning för kemiskt bundna keramer. Generellt skulle även benämningen biocer kunna användas. Generell effekt: Ger produkten ett viskoelastiskt beteende

Övriga additiv: Beskrivning framgår av allmän beskrivning ovan samt i tidigare refererade patenthänvisningar.

PROCESSTEKNIK

Materialen bildas genom kemisk reaktion då olika delar blandas eller kommer i kontakt med varandra. Dessa delar består av pulvernaterial (Pm) och hydratiseringsvätska (Hv). Pm kan föreligga i separat behållare som pulver, granuler eller tabletter. Hv föreligger i separat behållare med förbindelse till Pm. Förbindelsen bryts vid användning, och med hjälp av undertryck i Pm-delen eller övertryck i Hv-delen, blandas delarna snabbt. Materialet kan därefter knådas eller vibreras, t ex med ultraljud. Genom att hålla Pm och Hv separerade före användning kan i de flesta fall initiator, terminator och inhibitor undvikas. Dessa ämnen utgör normalt de mest toxiska ämnena vid polymerframställning. Se även figurerna 1 och 2.

En fördel med uppfinningen är att lägre halter av organisk tillsats erfordras jämfört med compomerer, på grund av den oorganiska pulvernärvarans generella egenskaper. Den

låga halten organisk tillsats ger även, tillsammans med porutfyllnadseffekt i det keramiska materialet, minskad krympningseffekt jämfört med compomerer.

- 5 En annan aspekt på fördelning av organisk fas i tunna finfördelade områden eller i nätverk samt strävan och möjlighet enligt uppfinningen att hålla den organiska delen under 50 vol-% är möjligheten att reducera temperaturstigning vid reaktionen, företrädesvis till maximalt 50 °C och mer föredraget maximalt 42 °C, vilket är speciellt betydelsefullt vid användning som ortopedisk massa, där ofta större mängder används än i dentala sammanhang.

10

EXEMPEL 1

En serie försök utfördes för att studera inverkan av olika materialsammansättningar på böjhållfastheten samt elasticitetsmodulen (E-modul).

- 15 *Oorganiska råvaror:* monokalciumaluminat, glaspartiklar

Hydratiseringsvätska: Vatten, LiCl

Tillsatser för polymerbildning: Diol och disyra

20

Utbildad polymer: Kondensationspolymer av karbonat-typ.

Exemplen nedan beskriver:

- 25 a) Böjhållfastheten samt E-modulen för hydratiserad monokalciumaluminat med 30 vol-% glaspartiklar som filler.
- b) Böjhållfastheten samt E-modulen för hydratiserad kalciumaluminat och 5 vol-% polymer i härdat tillstånd med 30 vol-% glaspartiklar som filler.
- c) Böjhållfastheten samt E-modulen för hydratiserad kalciumaluminat och 10 vol-% polymer i härdat tillstånd med 30 vol-% glaspartiklar som filler.
- 30 d) Böjhållfastheten samt E-modulen för hydratiserad kalciumaluminat och 20 vol-% polymer i härdat tillstånd med 30 vol-% glaspartiklar som filler.
- e) Böjhållfastheten samt E-modulen för hydratiserad kalciumaluminat och 40 vol-% polymer i härdat tillstånd med 30 vol-% glaspartiklar som filler.

- 35 Monokalciumaluminat-råvaran maldes i en jetstrålekvarn till en maximal kornstorlek av 10 µm. Glaspartiklarna har en maximal kornstorlek av 7 µm.

P1710

9

Ink. t. Patent- och reg.verket

2002 -09- 1 0

Huvudfaxen Kassen

Pulverråvarorna i respektive exempel torrblandades till rätt förhållande. Även hydratiseringsvätskorna i respektive exempel blandades till rätt förhållande så att rätt mängd polymer framställs vid härdning. LiCl (0,1 g/l vatten) tillsattes för att ett snabbare hydratiseringsförlopp för kalciumaluminaten skall erhållas.

5

Av pulverråvarorna framställdes med hjälp av enaxlig pressning vid 150 MPa plattor med en höjd av 2 mm och en diameter av 11 mm för böjhållfasthetstestning enligt ASTM-F394 samt cylindriska stavar för mätning av E-modul i dragprov. Plattorna och stavarna vätes med respektive vätska samt förvarades i vatten i 37 grader Celcius i 14 dagar före mätning av egenskap. Alla prover polerades till en ytfinhet av 0,1 µm. Resultaten från mätningarna visas i Tabell 1.

Tabell 1

Provbeteckning	Böjhållfasthet (MPa)	E-modul (GPa)
A	81	19
B	90	18,5
C	104	17,9
D	114	16,7
E	97	14,2

Resultaten visar att en väsentlig förhöjning av böjhållfastheten med bibehållen E-modul kan erhållas för sammansättningar innehållande härdad polymer i kombination med hydratiserad kalciumaluminat.

EXEMPEL 2

Försök utfördes för att studera inverkan av polymer på translucens samt dimensionsstabilitet.

Beskrivning av material

Material med sammansättningar enligt Exempel 1a samt 1d ovan.

25

Provkroppar framställdes analogt med Exempel 1 till tunna plattor för mätning av translucens enligt ISO 9917 samt för mätning av dimensionsstabilitet. Proverna för mätning av translucens förvarades i 37 gradigt vatten i 14 dagar innan mätning. Dimensionsstabiliteten mättes som storleksförändring av 20 mm stavar över tiden, mätningarna utfördes på våta/fuktiga prover.

30

Resultaten redovisas i tabell 2.

Tabell 2.

Provbeteckning	Translucens	Dimensionsförändring efter 90 dagar (linjär-%)
A	23	+0,09
D	40	+0,02

5 Resultaten visar att en förhöjd translucens med en bibehållen dimensionstabilitet kan
erhållas för material innehållande härdat kalciumaluminat samt polymer jämfört med
kalciumaluminathydrat material utan polymer.

FIGURBESKRIVNING

10 **Fig. 1** visar en anordning enligt en första utföringsform, för förvaring av pulvermaterialet samt för blandning med den med bindefasen reagerande hydratiseringsvätskan.

Fig. 2 visar en anordning enligt en första utföringsform, för förvaring av pulvermaterialet samt för blandning med den med bindefasen reagerande vätskan.

15

Anordningen 10 i Fig. 1 är anpassad för förvaring av pulvermaterial enligt uppfinningen, här exemplifierat med pulvermaterial i form av granuler, samt den med bindefasen reagerande hydratiseringsvätskan. Närmare bestämt förvaras en förutbestämd mängd granuler i en första kammare 1 och en mängd vätska som är anpassad till mängden granuler och till önskat W/C-förhållande förvaras i en andra kammare 2. Storlek, form och fyllnadsgrad kan variera hos kammarna, varvid vanligen fyllnadsgraden är nära 100%. Kammarna 1, 2 är förbundna till varandra medelst en kanal 5, vilken dock är försluten med en förslutning 3 (t.ex. ett membran) vid förvaring. I den första kammaren 1 föreligger företrädesvis ett lägre tryck än i den andra kammaren 2. Då ett kemiskt bundet keramiskt material skall framställas av granulerna och vätskan, bryts förslutningen 3 och vätskan kan rinna från den andra kammaren 2 in i den första kammaren 1, med eventuell tryckskillnad som drivkraft eller med hjälp av sammanpressning av den andra kammaren 2 och/eller med hjälp av gravitationen. Vätsketillförseln sker således i ett slutet rum.

30

Åtminstone den första kammaren 1 är utformad med väggar 4 av ett väggmaterial som tillåter mekanisk bearbetning av granuler/vätska genom dessa väggar 4. Lämpligen utgöres den första kammaren 1 av en flexibel påse. Även den andra kammaren kan vara utformad av samma material, varvid förslutningen 3 t.ex. kan utgöras av en förseglning i

form av en svets mellan de båda kammarna. Den mekaniska bearbetningen kan t.ex. utgöras av knådning, valsning, handtryckning etc. Materialet överförs sedan till ett system anpassat till applicering.

- 5 Fig. 2 visar en andra utföringsform av en anordning enligt uppfinningen. I anordningen 20 är den andra kammaren 2 anordnad inuti den första kammaren 1. Den andra kammaren 2 har väggar 6 i form av eller innefattande ett membran och inrymmer förutom vätskan en kula 7 (t.ex. plastkula). Genom att skaka hela anordningen 20 slås membranet sönder av kulan. Även här föreligger företrädesvis en tryckskillnad mellan
- 10 kammare 1 och 2. Naturligtvis kan anordningen även utföras så att den första kammaren med granulerna är anordnad inuti den andra kammaren med vätskan. Genom skakningen och tryckskillnaden sker i vilket fall som helst en blandning av vätskan och materialet till en pasta. Pastan appliceras sedan genom en spruta, i en kavitet som skall fyllas med materialet.

15

Anordningen enligt uppfinningen lämpar sig speciellt för förvaring, distribution och beredning av materialet då materialet utgöres av ett dentalt eller ortopediskt material, men kan även utnyttjas för andra tillämpningar.

- 20 Uppfinningen är ej begränsad till ovan beskrivna utföringsformer utan kan varieras inom ramen för patentkraven.

P1710

12

Ink. t. Patent- och reg.verket

2002-09-10

Huvudfaxen Kassen

PATENTKRAV

1. System för ett kemiskt bundet keramiskt material, innefattande en vattenbaserad hydratiseringsvätska samt ett pulvermaterial vars bindefas huvudsakligen
5 utgöres av ett cementsystem, vilket pulvermaterial uppvisar förmågan att efter genomdränkning med den med bindefasen reagerande hydratiseringsvätskan hydratisera till ett kemiskt bundet keramiskt material, kännetecknat av att sagda pulvermaterial innefattar en första delkomponent för bildande av en organisk fas i det keramiska materialet samt att sagda hydratiseringsvätska
10 innefattar en andra delkomponent för bildande av sagda organiska fas.
2. Pulvermaterial vars bindefas huvudsakligen utgöres av ett cementsystem, vilket pulvermaterial uppvisar förmågan att efter genomdränkning med en med bindefasen reagerande hydratiseringsvätska hydratisera till ett kemiskt bundet
15 keramiskt material, kännetecknat av att sagda pulvermaterial innefattar en första delkomponent för bildande av en organisk fas i det keramiska materialet.
3. Pulvermaterial enligt krav 2, kännetecknat av att dess bindefas utgöres av ett kalciuminnehållande kerampulver i gruppen som består av aluminater,
20 silikater, fosfater, sulfater och kombinationer därav.
4. Pulvermaterial enligt krav 2 eller 3, kännetecknat av att sagda organiska fas utgöres av en polymer, företrädesvis en polymer i gruppen som består av hydrofila eller partiellt hydrofila akrylat-, karbonat-, protein-, cellulosa-, siloxan-
25 eller polyacetal-baserade polymerer.
5. Pulvermaterial enligt patentkrav 4, kännetecknat av att sagda första delkomponent utgöres av en komponent i gruppen som består av monomerer för bildande av sagda polymer
30
6. Vattenbaserad hydratiseringsvätska för ett pulvermaterial vars bindefas huvudsakligen utgöres av ett cementsystem, vilket pulvermaterial uppvisar förmågan att efter genomdränkning med den med bindefasen reagerande hydratiseringsvätskan hydratisera till ett kemiskt bundet keramiskt material,
35 kännetecknad av att sagda hydratiseringsvätska innefattar en andra delkomponent för bildande av en organisk fas i det keramiska materialet.

- 5
7. Hydratiseringsvätska enligt krav 6, kännetecknad av att sagda organiska fas utgöres av en polymer, företrädesvis en polymer i gruppen som består av hydrofila eller partiellt hydrofila akrylat-, karbonat-, protein-, cellulosa-, siloxan- eller polyacetal-baserade polymerer.
8. Hydratiseringsvätska enligt krav 6 eller 7, kännetecknad av att sagda andra delkomponent utgöres av en komponent i gruppen som består av monomerer av företrädesvis disyror eller aminosyror.
- 10
9. Kemiskt bundet keramiskt material vars bindefas huvudsakligen utgöres av oorganisk cementfas, vilket keramiska material in-situ-bildats på ett substrat eller i en kavitet, kännetecknat av sagda material även innefattar en organisk, in-situ-bildad fas.
- 15
10. Keramiskt material enligt krav 9, kännetecknat av att dess bindefas utgöres av ett kalciuminnehållande cementmaterial i gruppen som består av aluminater, silikater, fosfater, sulfater och kombinationer därav.
- 20
11. Keramiskt material enligt krav 9 eller 10, kännetecknat av att sagda organiska fas utgöres av en polymer, företrädesvis en polymer i gruppen som består av hydrofila eller partiellt hydrofila akrylat-, karbonat-, protein-, cellulosa-, siloxan- eller polyacetal-baserade polymerer.
- 25
12. Keramiskt material enligt något av kraven 9-11, kännetecknat av att den oorganiska cementfasen utgör 50 vol-% eller mer av materialet, medan den organiska fasen utgör mindre än 50 vol-% av materialet, företrädesvis 5-40 vol-% och än mer fördraget 10-35 vol-% och mest fördraget 15-25 vol-%.
- 30
13. Keramiskt material enligt något av kraven 9-12, kännetecknat av att den organiska fasen utgör en med den oorganiska cementfasen icke kommunicerande fas, företrädesvis i form av separata områden.
- 35
14. Keramiskt material enligt något av kraven 9-13, kännetecknat av att den organiska fasen föreligger som ett nätverk i den oorganiska cementfasen.
15. Keramiskt material enligt något av kraven 9-14, kännetecknat av att den organiska fasen föreligger som ett nätverk eller som separat områden i den

P1710

14

Ink. t. Patent- och reg.verket

2002-09-10

Huvudfaxen Kassen

oorganiska cementfasen, varvid nätverkets delar eller de separata områdena maximalt uppvisar en tjocklek av 5 µm, företrädesvis högst 1 µm, och än mer föredraget högst 0,5 µm.

- 5 16. Metod att framställa ett keramiskt material enligt något av kraven 9-15, varvid ett pulvermaterial vars bindefas huvudsakligen utgöres av ett cementsystem genomdränks med en med bindefasen reagerande hydratiseringsvätska, varefter materialet tillåts att hydratisera till sagda kemiskt bundna keramiska material, kännetecknad av att den organiska fasen bringas att bildas genom in situ
10 ko-polymerisering, företrädesvis kondensationspolymerisering.
17. Metod enligt krav 16, kännetecknad av att sagda pulvermaterial bringas att innefatta en första delkomponent för bildande den organiska fasen och att sagda hydratiseringsvätska bringas att innefatta en andra delkomponent för bildande
15 den organiska fasen, varvid polymerisationsreaktionen initieras då pulvermaterialet genomdränks med hydratiseringsvätskan.
18. Metod enligt krav 16, kännetecknad av att polymerisationsreaktionen initieras på foto- eller termokemisk väg.
20
19. Metod enligt något av kraven 16-18, kännetecknad av att hydratiserings- och polymerisationsreaktionerna ej tillåts att ge en temperatur överstigande 50 °C, företrädesvis ej överstigande 42 °C, i materialet, vilken temperaturkontroll företrädesvis effektueras genom att den organiska fasen bringas att bilda ett
25 nätverk eller separata områden i den oorganiska cementfasen och/eller genom att den organiska fasen bringas att utgöra mindre än 50 vol-% av materialet, företrädesvis 5-40 vol-% och än mer föredraget 10-35 vol-% och mest föredraget 15-25 vol-% av materialet.
- 30 20. Anordning (10, 20) för förvaring av ett pulvermaterial och blandning av detsamma med en hydratiseringsvätska, kännetecknad av att sagda anordning innefattar en första kammare (1) vilken innehåller ett pulvermaterial enligt något av kraven 2-5, samt en andra kammare (2) vilken innehåller en hydratiseringsvätska enligt något av kraven 6-8, samt en öppningsbar förslutning
35 (3, 6) mellan kammarna (1, 2).

10.Sep. 2002 16:11

HS PEAROARAEUOA

Nr.2523 S. 16

Ink. t. Patent- och reg.ve

2002 -09- 1 0

Huvudfaxen Kassa

P1710

15

21. Anordning enligt krav 20, kännetecknad av att ett större tryck föreligger i den andra kammaren (2) än i den första kammaren (1).

5 22. Anordning enligt krav 20 eller 21, kännetecknad av att åtminstone den första kammaren (1) har väggar (4) av ett väggmaterial som tillåter bearbetning av pulvermaterialet genom väggarna (4).



SAMMANFATTNING

- System för ett kemiskt bundet keramiskt material, innefattande en vattenbaserad hydratiseringsvätska samt ett pulvermaterial vars bindefas huvudsakligen utgöres av ett
- 5 cementsystem, vilket pulvermaterial uppvisar förmågan att efter genomdränkning med den med bindefasen reagerande hydratiseringsvätskan hydratisera till ett kemiskt bundet keramiskt material. Enligt uppfinningen innefattar pulvermaterialet en första delkomponent för bildande av en organisk fas i det keramiska materialet och hydratiseringsvätskan innefattar en andra delkomponent för bildande av sagda organiska fas.
- 10 Uppfinningen avser också pulvermaterialet respektive hydratiseringsvätskan, det bildade keramiska materialet, en metod för materialets framtagande, samt en anordning för förvaring av pulvermaterialet och blandning av detsamma med hydratiseringsvätskan.

Ink. t. Patent- och reg.verke
2002 -09- 1 0
Huvudfaxen Kassen

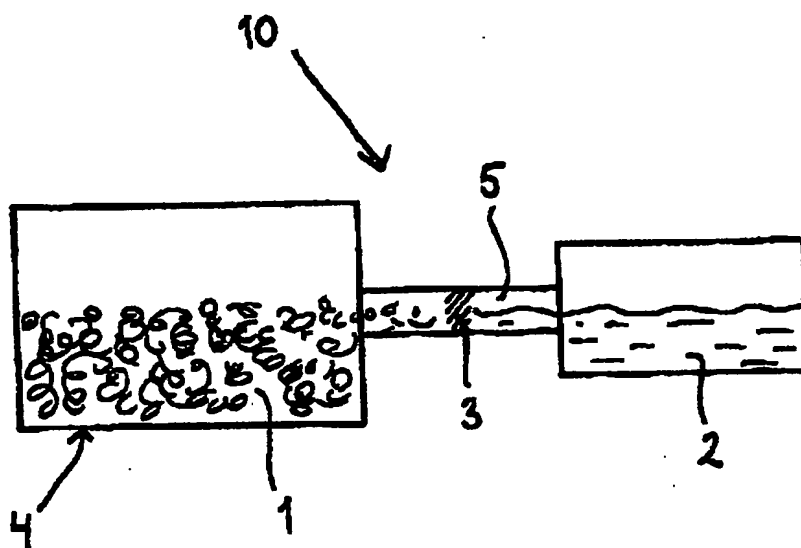


Fig. 1

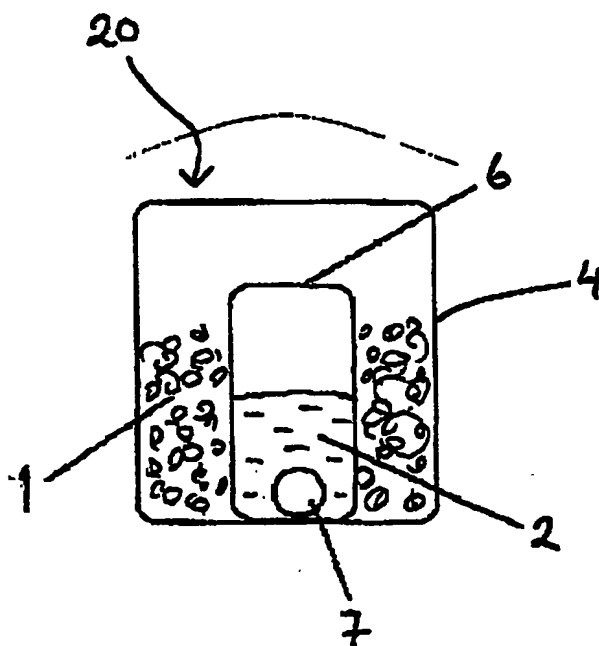


Fig. 2

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.